DETERMINAÇÃO DO TAMANHO DE PARTÍCULA DE UM PÓ DE ALUMINA – UMA COMPARAÇÃO DE MÉTODOS E EQUIPAMENTOS

C. J. Papini(1), R. M. Leal Neto(2)
Av. Prof. Almeida Prado, 535 – Cid. Universitária, São Paulo /SP, CEP: 05508-901 –
cjpapini@hotmail.com
(1) LAMI – Laboratório Associado Micronal – IPT
(2) Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares

RESUMO

O conhecimento do tamanho e da distribuição do tamanho de partícula é um pré-requisito fundamental para muitas operações de produção e processamento envolvendo sistemas de materiais particulados. Com o crescente aumento das aplicações destes materiais, diversas técnicas de caracterização do tamanho de partícula têm sido desenvolvidas. A determinação de valores exatos, porém, é extremamente difícil (notadamente em pós de granulometria fina) e encontra obstáculos diferentes em cada uma das técnicas. Neste trabalho são comparados os resultados de análise do tamanho de partícula de um pó de alumina (A-1000 SG - Alcoa) pelas técnicas de microscopia quantitativa (MEV e análise de imagem), espalhamento de laser (realizadas em quatro equipamentos diferentes) e sedimentação monitorada por raios X. Diferentes curvas de distribuição granulométrica incremental foram obtidas, inclusive com diferentes padrões de distribuição (monomodal e bimodal). Análises realizadas com um padrão trimodal revelaram que os equipamentos que detectaram um perfil bimodal são mais precisos para a faixa de tamanho da alumina (inferior a 2 μm).

Palavras-Chave: Tamanho de Partícula, Espalhamento de Laser, Sedimentação, Alumina.

INTRODUÇÃO

O conhecimento do tamanho e da distribuição do tamanho de partícula é um pré-requisito fundamental para muitas operações de produção e processamento envolvendo sistemas de materiais particulados. A distribuição do tamanho de partícula influi de maneira significativa em várias etapas de produção (transporte, compactação, sinterização, etc.) e na microestrutura do material, afetando a resistência mecânica, a densidade e as propriedades térmicas e elétricas dos produtos acabados. Portanto a sua determinação é uma etapa crítica em todos os processos que de alguma maneira envolvam materiais na forma de pós. Caso realizada incorretamente, podem ser geradas perdas econômicas decorrentes de produtos de baixa qualidade e de altas taxas de rejeição (Jillavenkatesa et al., 2001).

Com o crescente aumento das aplicações de materiais particulados, diversas técnicas de caracterização física de pós têm sido desenvolvidas. Especificamente para tamanho de partícula, é grande a variedade de técnicas disponíveis. Na TAB 1 são apresentadas algumas destas técnicas (Iacocca e German, 1997).

A determinação de valores exatos de tamanho de partícula, no entanto, é extremamente difícil e encontra obstáculos diferentes para cada uma das técnicas. Por esta razão, para medidas de controle de processo a reprodutibilidade passa a ser mais importante, porém no desenvolvimento de novos produtos, a exatidão da análise pode ser fundamental (Allen, 1997).

TABELA 1 - Técnicas de Análise do Tamanho de Partícula (Iacocca e German, 1997).

Peneiramento
Microscopia Quantitativa
Espalhamento de luz; Turbidimetria (espalhamento de luz de pequeno ângulo)
Contadores ópticos de partículas
Velocimetria
Espalhamento de nêutrons/raios X
Cromatografia por exclusão de tamanho; Cromatografia hidrodinâmica
Fracionamento de campo de fluxo (FFF)
FFF elétrico; FFF por sedimentação
Sensoriamento de zona elétrica
Centrifugação/Ultracentrifugação/Sedimentação
Tempo de vôo aerodinâmico

Como cada técnica de análise é baseada em princípios físicos diferentes, os resultados obtidos por estas análises podem também ser diferentes, em função da forma das partículas e dos algoritmos matemáticos utilizados. Além disso, os fabricantes de equipamentos de análise usam projetos de construção distintos, o que também pode acarretar em resultados diferentes mesmo entre equipamentos que utilizam o mesmo princípio físico básico (Jillavenkatesa, et al. 2001). Há, portanto, a necessidade de uma avaliação criteriosa para que possa ser feita uma comparação ou correlação entre estes resultados.

Diversos trabalhos têm sido publicados neste sentido (Hunt e Woolf, 1969; Hostomsky et al, 1986; Davies e Collins, 1988; Davidson et al., 1992; Nikkan, 1994; Etzer e Sanderson, 1995; Etzer e Deanne, 1997; Barreiros et al., 1996; Iacocca e German, 1997; Hayakawa et al.,1998; Naito et al., 1998; Bowen et al., 2002; Ferraris et al., 2002; Yoshida et al., 2003). Nota-se que a comparação entre os diferentes métodos de análise de tamanho de partícula tem sido objeto de estudos que remontam há várias décadas, porém o tema ainda é atual e bastante controverso. Enquanto em alguns casos houve uma boa semelhança entre os resultados de técnicas diversas, em outros houve grandes disparidades. Em razão da grande diversidade de técnicas, equipamentos e materiais estudados, há um campo vasto de investigação, fértil de interrogações.

A influência da forma das partículas está bem caracterizada: quanto mais irregulares forem as partículas, maiores serão as discrepâncias entre os resultados provenientes de técnicas diferentes. Outro fator consensual e de grande importância é o estabelecimento de boas condições de preparação das amostras (dispersão), pois de outra maneira as bases de comparação serão muito tênues. De qualquer modo, a partir do levantamento bibliográfico realizado, fica salientada a necessidade de um profundo conhecimento dos princípios de análise de cada técnica empregada, bem como das características dos pós que se pretende analisar, quando a intenção for obter um resultado confiável, preciso e reprodutivo. Tal aspecto não raro é negligenciado, tanto por usuários como por operadores e responsáveis pelas análises, apesar da determinação do tamanho ser uma das medidas mais freqüentes no âmbito da tecnologia de partículas.

Comparar técnicas (mesmo que muitas vezes não seja possível a determinação de qual método fornecerá resultados mais fidedignos) é, portanto, um exercício muito enriquecedor, por demandar um aprofundamento das noções básicas operacionais dos equipamentos e técnicas, e também oportuno, enquanto necessário para uma correta avaliação das partículas de materiais diversos.

É neste contexto que este trabalho se ensere. O objetivo é estudar alguns métodos de determinação do tamanho de partícula (microscopia quantitativa – um equipamento, sedimentação gravitacional – um equipamento e espalhamento de laser – quatro equipamentos de três fabricantes distintos), comparando os resultados obtidos com um pó de alumina.

Este material foi escolhido por ser muito estudado e por ter uma granulometria bastante fina (abaixo de 5 μm), fato que dificulta a realização das análises tanto pela necessidade de uma correta dispersão, quanto pela proximidade aos limites de decteção dos equipamentos.

MATERIAIS E MÉTODOS

As técnicas e equipamentos de análise comparados neste trabalho foram assim denominados:

a) **Análise de imagem:** Imagens adquiridas por um microscópio eletrônico de varredura modelo XL 30 da Philips. Os procedimentos de análise de imagem foram realizados por meio do software Buehler Omnimet Interprice.
b) **Sedimentação**: Equipamento de análise por sedimentação gravitacional monitorada por turbidimetria de raios X, adquirido em 1990. Faixa de medida: 0,1 a 300 μm.
c) **Laser A**: Equipamento de análise por espalhamento de laser, adquirido em 1995. Faixa de medida: 0,04 a 500 μm.
d) **Laser B**: Equipamento de análise por espalhamento de laser, adquirido em 2000. Faixa de medida: 0,02 a 2000 μm.
e) **Laser C**: Equipamento de análise por espalhamento de laser (do mesmo fabricante do laser B), adquirido em 98. Faixa de medida: 0,05 a 900 μm.
f) **Laser D**: Equipamento de análise por espalhamento laser, adquirido em 2001. Faixa de medida: 0,04 a 2000 μm.

O pó de alumina de uso comercial utilizado foi a A1000-SG da Alcoa que apresenta área de superfície específica de 9,2 m^2/g e massa específica de 3,91 g/cm^3. Todas as análises foram realizadas em uma amostra do material disperso em água e 0,04 mL/g de Duramax D-3005® (sal de amônio de um poli-eletrólito), fornecido pela Rohm & Haas (Papini et al., 2003).

Procedimentos de análises

Na análise de imagem, como as partículas do pó de alumina possuem dimensões muito pequenas, foi necessária a utilização de um microscópio eletrônico de varredura. Algumas gotas da solução de alumina com Duramax D-3005® foram colocadas sobre o porta-amostra do microscópio e secas em estufa à 100ºC. Os porta-amostras assim montados foram recobertos com ouro. As imagens foram obtidas com elétrons secundários.

Estas imagens apresentaram aglomeração, o que dificultou a individualização das partículas. Para que tal distinção fosse feita, as partículas dos aglomerados foram separadas digitalmente (operação manual) com o auxílio de um software editor de fotografias (Adobe Photoshop 4.0). Após esta etapa, as imagens foram processadas pelo analisador, sendo a calibração realizada por meio das escalas de tamanho de cada uma das micrografias. Na FIG. 1 está um exemplo de campo analisado com as imagens originais, após tratamento manual e após processamento pelo analisador de imagem. No total, foram analisados 25 campos de imagem e 2789 partículas.

As medidas realizadas foram as seguintes:

- Razão de aspecto: é um fator de forma dado pela relação entre o comprimento (maior corda) e a largura (menor corda) da partícula.
- Circularidade: outro fator de forma que relaciona a área com o perímetro da partícula:

$$\text{Circularidade} = 4\pi A/P^2 \qquad (1)$$

onde: A= área da partícula

P= perímetro da partícula;

- Diâmetro da área projetada: é o valor do diâmetro de um círculo de área equivalente ao da partícula analisada:

$$\text{Diâmetro da área projetada} = (4A/\pi)^{1/2} \qquad (2)$$

- Diâmetro de Feret medido à 0º, 45º, 90º, 135º e valor médio.
- Perímetro da partícula que foi utilizado para calcular o diâmetro de um círculo de mesmo perímetro:

$$\text{Diâmetro do perímetro} = P/\pi \qquad (3)$$

Na técnica de microscopia quantitativa os resultados são apresentados em distribuições de freqüência numérica de partículas. Por isso, para a comparação destes dados com os valores obtidos pelas outras técnicas, foi necessária a conversão destes valores numéricos em distribuições com base na massa das partículas. Esta conversão foi calculada por (Barreiros, et al., 1996):

$$W_i = (n_i\, d_{ai}^3) / (\Sigma n_i\, d_{ai}^3) \qquad (4)$$

onde W_i e n_i são, respectivamente, a massa e o número de partículas de tamanho na classe i e d_{ai} corresponde ao diâmetro equivalente da área projetada.

Com o intuito de uma comparação mais precisa entre as técnicas, os dados obtidos pela análise microscópica foram agrupados em classes idênticas às utilizadas pelo equipamento Laser A e os valores incrementais foram obtidos pela mesma equação usada também por este equipamento:

$$H_i = (C_i - C_{i-1}) / (Ld_i - Ld_{i-1}) \quad (5)$$

Onde:

H_i = valor de incremento da classe i.

C_i = valor cumulativo para o diâmetro da classe i.

LD_i = Log_{nep} do diâmetro da classe i.

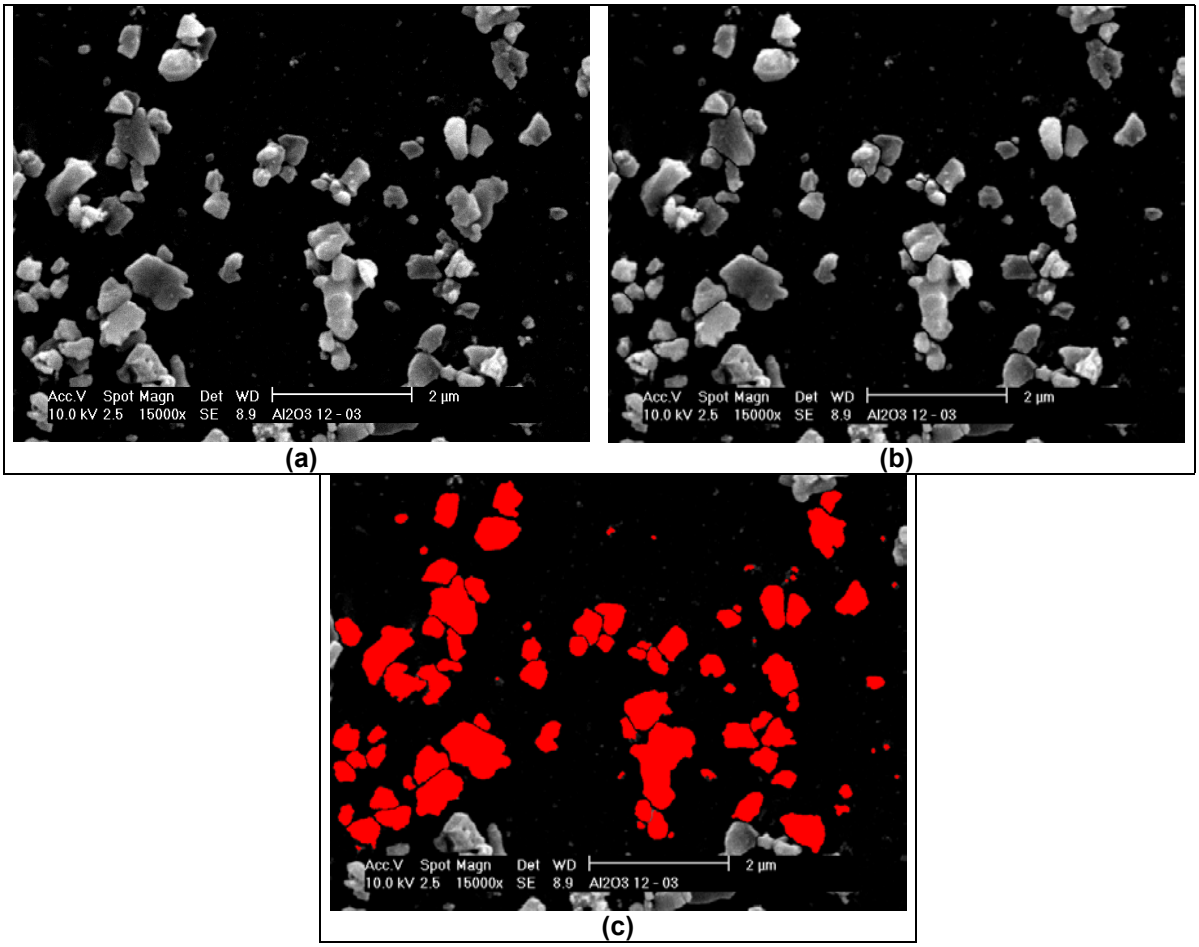


FIGURA 1 – Exemplo de campo de imagem analisado: (a) imagem original; (b) após tratamento manual; (c) após processamento no analisador de imagem. Nota-se que as partículas são levemente arredondadas e com formas achatadas.

Os índices de refração reais e imaginários, respectivamente, utilizados nas análises Laser com modelo Mie foram os seguintes: 1,76 e 0,1 para a alumina e 1,33 para a água (Beckman Coulter, 1999; Malvern, 1996).

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados dos diâmetros médios e dos fatores de forma obtidos na análise de imagem são apresentados na TAB. 1

TABELA 1 – Resultados das análises de imagem.

	Média	**D_{10}**	**D_{50}**	**D_{90}**
Razão de Aspecto	1,49 ± 0,29	--x--	--x--	--x--
Circularidade	0,66 ± 0,11	--x--	--x--	--x--
Diâmetro da área projetada (μm)	0,70 ± 0,17	0,30	0,53	0,96
Diâmetro de Feret médio (μm)	0,81 ± 0,29	0,34	0,62	1,11
Diâmetro do perímetro (μm)	1,03 ± 0,23	0,40	0,77	1,50

Os fatores de forma (razão de aspecto e circularidade) confirmam que as partículas não são esferas perfeitas. Este desvio de regularidade foi coerentemente refletido nos diâmetros médios obtidos pelos diferentes parâmetros, sendo o diâmetro da área projetada o menor valor e o diâmetro do perímetro o maior (caso as partículas fossem esferas perfeitas os fatores de forma tenderiam a 1 e os valores dos diâmetros seriam idênticos). Deve-se lembrar que o desvio-padrão apresentado nos diâmetros refere-se à própria distribuição de tamanho verificada na amostra, e não a um desvio-padrão da análise.

Na FIG. 2 estão os gráficos referentes a estas análises. Constata-se uma irregularidade nas curvas incrementais devido à pequena amostragem realizada (2.789 partículas). Ou seja, para uma melhor representatividade da análise um maior número de partículas deveria ter sido mensurado (acima de 10.000 partículas). Este procedimento não foi realizado devido à necessidade do uso de microscopia eletrônica de varredura, que encarece e dificulta em muito as análises. Em casos onde é possível o uso de microscopia ótica, é recomendável que se analise um número maior de partículas. A irregularidade na forma das partículas também é confirmada pela diferenças nas curvas, sendo os menores valores encontrados no diâmetro da área projetada e os maiores no diâmetro do perímetro.

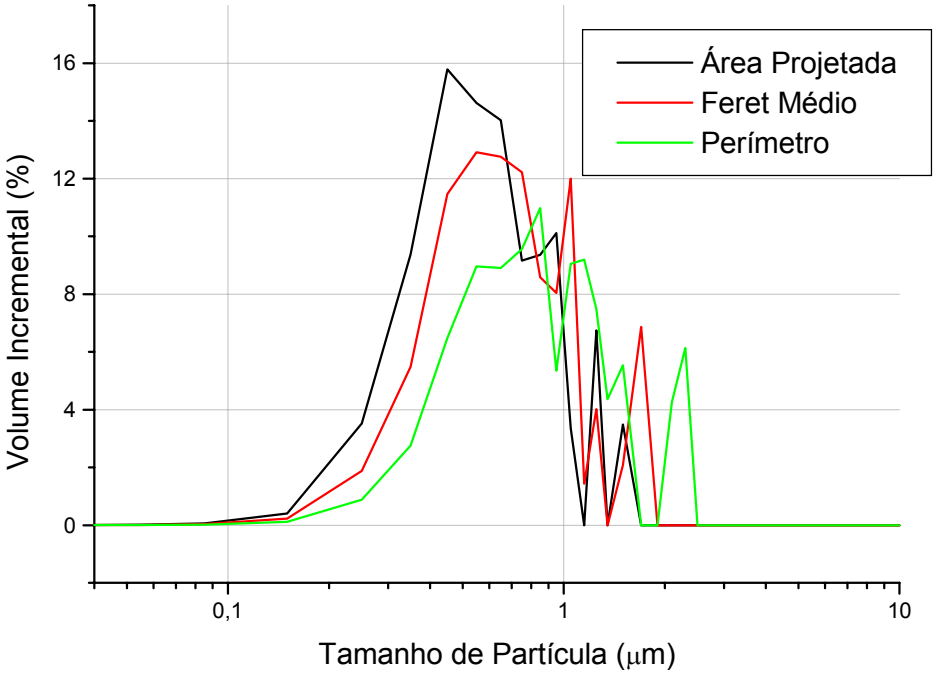


FIGURA 2 – Curvas de distribuição de tamanho de partícula dos diâmetros da área projetada, de Feret médio e do perímetro: valores incrementais.

Apesar da baixa representatividade, o aumento do número de partículas analisadas não acarretaria uma grande alteração no aspecto geral da distribuição. O que ocorreria seria um maior ajuste, eliminando-se os picos e acertando-se o aspecto da curva incremental. Por isso, e para facilitar a comparação com as outras técnicas, foi realizado um alisamento das curvas por meio do método das médias adjacentes (5 pontos) utilizando-se o software Microcal Origin (OriginLab, 1999; Spiegel, 1993). Estas curvas estão representadas na FIG. 3.

É claro que com a menor amostragem a precisão da análise é menor. Deve-se lembrar também que, devido à aglomeração das partículas, houve um pré-processamento nas análises que também pode ter afetado a exatidão da análise. Estas constatações não invalidam as análises. Deve-se, no entanto, levá-las em consideração, principalmente nas comparações entre as técnicas que serão feitas mais a seguir. Em muitos casos em que técnicas de análise do tamanho de partículas são comparadas, a análise de imagem é usada como uma referência, e as diferenças entre as outras técnicas são relacionadas com o desvio de esfericidade dos pós. Neste trabalho, a adoção da análise de imagem como referência é temerosa, servindo apenas como mais um parâmetro de comparação.

Na FIG. 4 está a distribuição obtida pela técnica de sedimentação. Nota-se que, devido ao limite inferior leitura do equipamento (0,1 μm), os valores dos gráficos de distribuição granulométrica acumulada e incremental não partem de zero. Este fato, além de impossibilitar a aquisição do valor para o D_{10} pois não foi atingido o valor de 10%, indica que, mesmo sendo fora da capacidade de leitura do equipamento, existe uma pequena fração de partículas com tamanho menor que 0,1 μm.

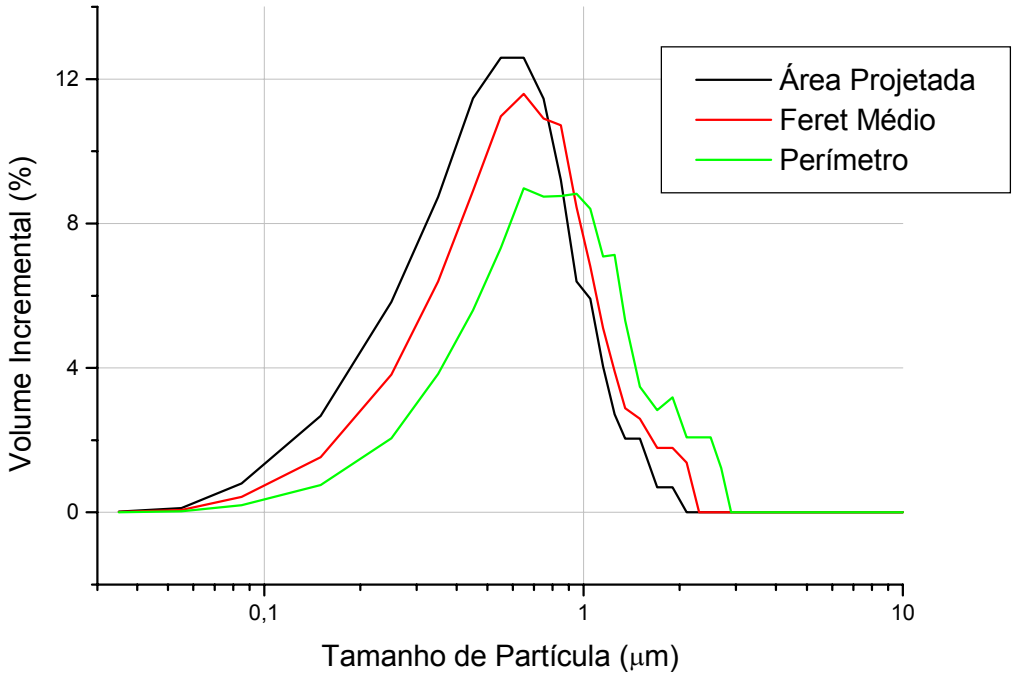


FIGURA 3 – Curvas de distribuição de tamanho de partícula dos diâmetros da área projetada, de Feret médio e do perímetro com valores alisados.

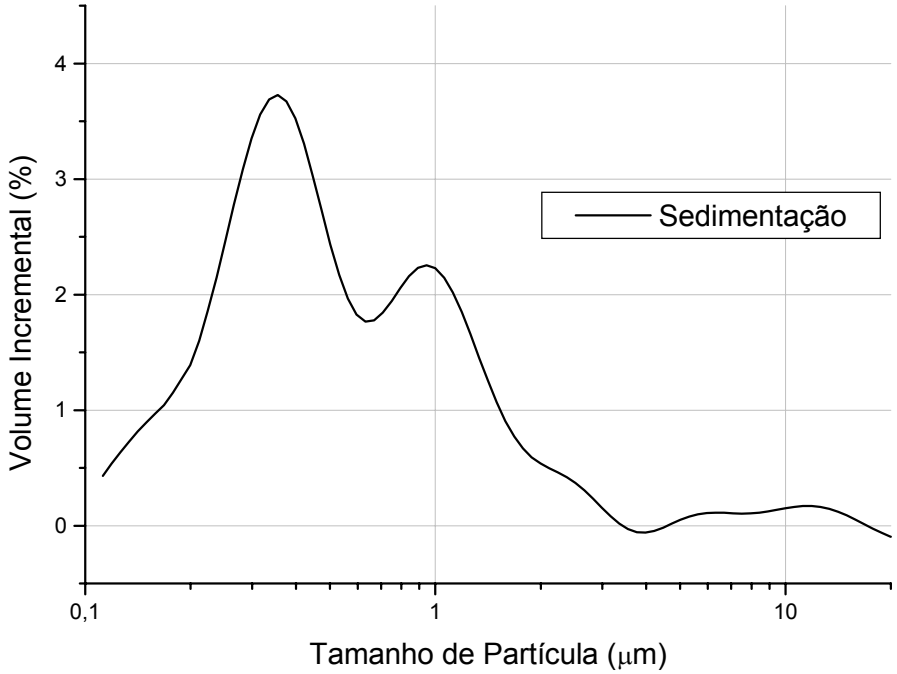


FIGURA 4 – Curvas de distribuição de tamanho de partícula pela técnica de sedimentação: valores incrementais.

Na FIG. 5 estão as curvas referentes aos modelos Mie e Fraunhofer comparados nos equipamentos Lasers A, B e C. Como o modelo Fraunhofer é recomendável para partículas maiores e este pó é muito fino, ocorreram diferenças nestes resultados. As curvas de modelo Mie apresentam distribuições mais finas. Isto se deve ao fato de estar ocorrendo refração de luz nas partículas, gerando ângulos menores que são interpretados, pelo modelo Fraunhofer, como partículas de maior dimensão.

Nas curvas incrementais também é possível notar que nos Lasers A e C o modelo Mie apenas deslocou a curva para a esquerda, sem grandes alterações no perfil de distribuição. Já no equipamento B houve uma mudança significativa no perfil das curvas. No modelo de Fraunhofer a curva é monomodal, enquanto que no modelo Mie há um perfil de distribuição bimodal. No Laser D apenas foram realizadas análises no modelo Mie.

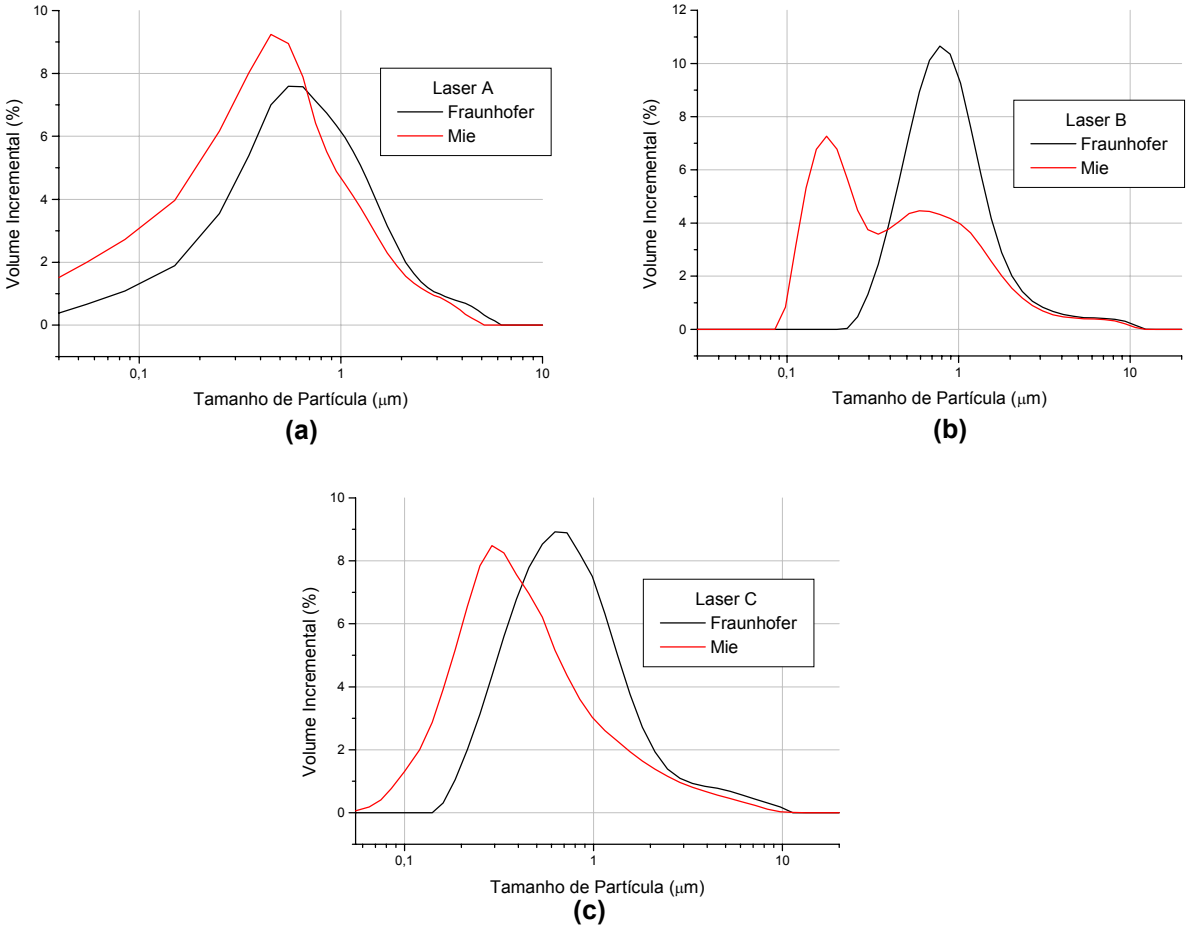


FIGURA 5 – Curvas de distribuição de tamanho de nos equipamentos Laser. Comparação dos modelos de Fraunhofer e Mie: (a) Laser A; (b) Laser C e (c) Laser C.

Comparando-se todas as técnicas e equipamentos (TAB 2 e FIG.6) percebe-se que não há muita coerência entre os resultados, ocorrendo variação máxima de 50 %, aproximadamente, nos valores do diâmetro médio.

TABELA 2 – Resultados das análises nos diversos equipamentos.

Equipamento	D médio (μm)	D_{10} (μm)	D_{50} (μm)	D_{90} (μm)
Análise de imagem	0,70	0,30	0,53	0,96
Sedimentação	0,58	-- x --	0,39	1,31
Laser A	0,57	0,08	0,40	1,25
Laser B	0,77	0,14	0,40	1,61
Laser C	0,69	0,16	0,38	1,48
Laser D	0,51	0,19	0,32	1,28

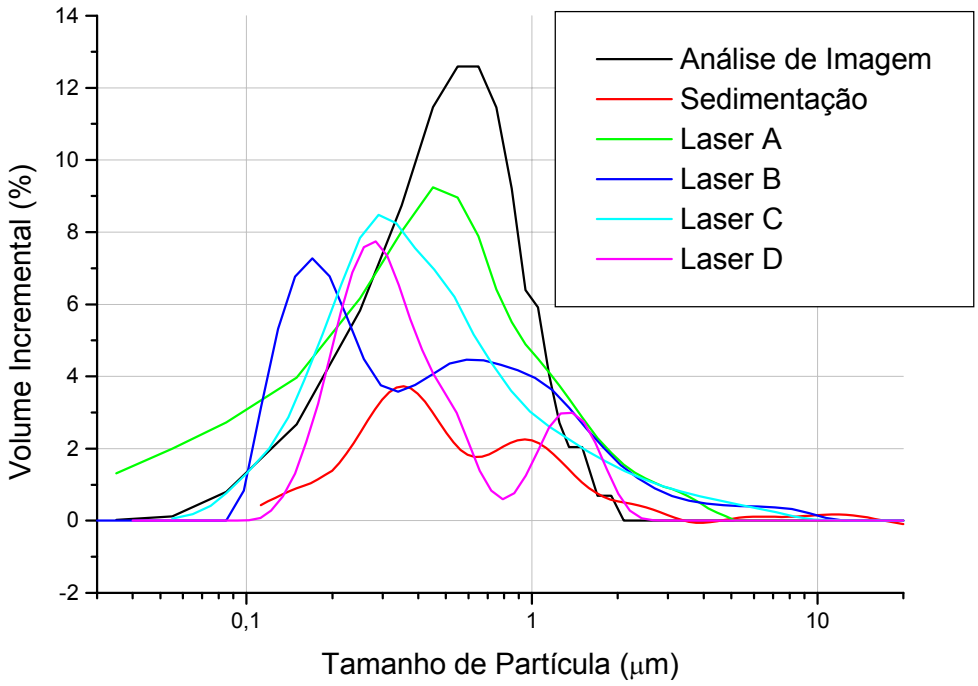


FIGURA 6 – Distribuição do tamanho de partícula em todos os equipamentos: valores incrementais.

A análise de imagem apresenta a distribuição mais estreita, enquanto que a distribuição mais larga foi encontrada no Laser A. A principal diferença entre os resultados está no perfil de distribuição incremental, onde os Lasers B e D e sedimentação apresentaram padrão bimodal, e os Lasers A e C e análise de imagem são monomodais.

Como já foi mencionado anteriormente, a análise de imagem não pode ser adotada como referência. Por isso, e para auxiliar nas comparações entre as técnicas, um padrão trimodal de microesferas da Duke Scientific Corporation (com faixa de tamanho semelhante à alumina) foi analisado nos equipamentos Lasers A, B e D. Estes equipamentos foram escolhidos devido a maior disponibilidade para a realização das análises e também porque os seus perfis de distribuição são os

mais diferentes representando, respectivamente, distribuições monomodal, bimodal mais suave e bimodal mais acentuada.

Este padrão é uma mistura de nanoesferas poliméricas com diâmetros médios nominais de 80, 200 e 500 nanometros (nm) dispersas em água. A certificação foi realizada em microscópio eletrônico de varredura, de acordo com metodologia determinada pelo National Institute of Standards and Technology (NIST). Os valores certificados e outras especificações técnicas deste padrão são as seguintes:

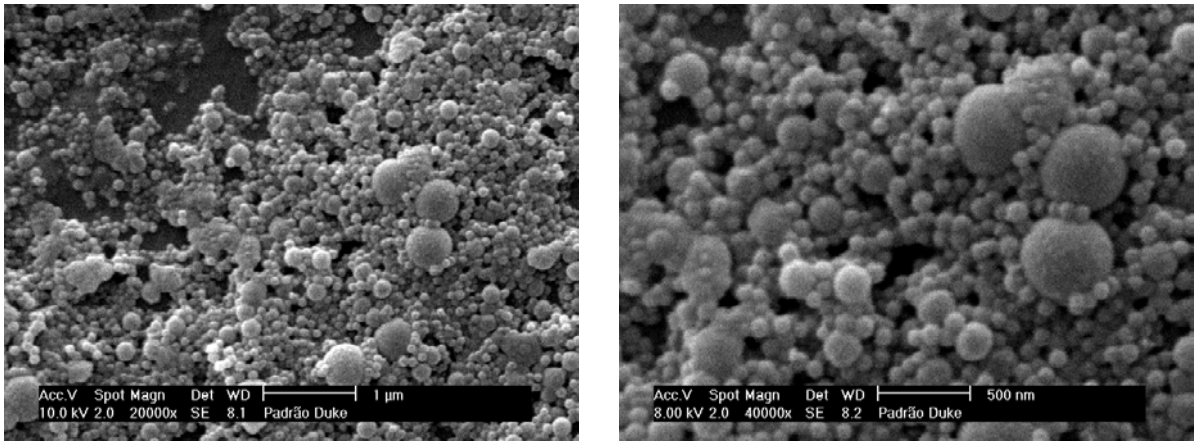
80 nm:	Diâmetro Médio Certificado:	81 nm
	Incerteza:	2,7 nm
	Desvio Padrão:	5,8 nm
	Coeficiente de Variação:	7,2 %
	Concentração:	0,5 % de sólidos.
200 nm:	Diâmetro Médio Certificado:	199 nm
	Incerteza:	6 nm
	Desvio Padrão:	3,4 nm
	Coeficiente de Variação:	1,7 %
	Concentração:	0,25 % de sólidos.
500 nm:	Diâmetro Médio Certificado:	499 nm
	Incerteza:	5 nm
	Desvio Padrão:	6,5 nm
	Coeficiente de Variação:	1,3 %
	Concentração:	0,25 % de sólidos.
Composição das Microesferas:		Poliestireno
Densidade do Polímero:		1,5 g/cm3
Índice de Refração:		1,59 a 589 nm
Concentração Total:		1,0 % de sólidos.

Este padrão foi observado em microscópio eletrônico de varredura. Na FIG. 7 estão as micrografias obtidas em diferentes aumentos. É claro que as partículas estão aglomeradas devido ao procedimento de secagem necessário para a realização da análise, porém é possível a observação da forma regular das partículas e das três classes diferentes de tamanho.

Na FIG. 8 estão os gráficos de distribuição de tamanho de partícula do padrão obtidos pelos Lasers A, B e D, seguindo-se todas as instruções de operação do certificado. Na TAB. 3 estão os resultados dos diâmetros médios destas análises.

Os resultados estão próximos e coerentes com os valores certificados. Porém nas curvas de distribuição incremental (FIG. 8) nota-se que os Lasers A e B não conseguiram identificar as três modas. Já no Laser D estas classes estão bem distintas e com valores dentro da incerteza da certificação. Conclui-se, portanto, que o Laser D é mais preciso para esta faixa de tamanho. Sendo assim, pode-se inferir que os resultados alcançados pelo Laser D para a alumina, também são mais

precisos do que os dos Lasers A e B ou C, embora o B também tenha sido capaz de detectar as duas modas da alumina. É oportuno lembrar que a técnica de sedimentação também apresentou uma distribuição bimodal para a alumina, corroborando as afirmações anteriores e indicando a boa resolução deste equipamento.



(a) **(b)**

FIGURA 7 – Micrografias eletrônicas de varredura do padrão trimodal em diferentes aumentos: (a) menores magnificações; (b) maiores magnificações.

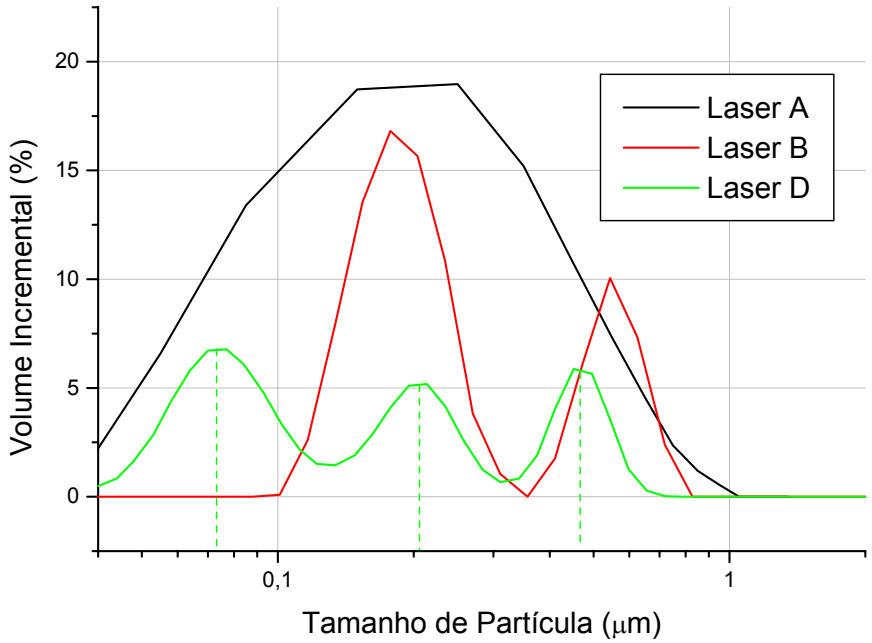


FIGURA 8 – Distribuição do tamanho de partícula do padrão trimodal nos equipamentos Lasers A, B e D: valores incrementais.

As explicações para tais diferenças estão possivelmente na configuração dos detectores de laser, nos sistemas de coleta de dados e/ou nos algoritmos e modelos matemáticos adotados. Deve-se lembrar que o Laser B no modelo Fraunhofer também apresentou perfil monomodal

TABELA 4.20 – Resultados das análises do padrão trimodal nos Lasers A e B.

Equipamento	D médio (μm)	D_{10} (μm)	D_{50} (μm)	D_{90} (μm)
Laser A	0,23	0,07	0,18	0,44
Laser B	0,29	0,14	0,20	0,58
Laser D	0,16	0,06	0,16	0,50

Outro dado que pode reforçar estas conclusões é a análise de imagem. Examinando-se as curvas incrementais sem o alisamento (FIG. 2), pode-se perceber uma tendência de perfil bimodal que foi eliminada no alisamento. Ou seja, se um maior número de partículas tivesse sido medido por análise de imagem, talvez também por esta técnica, o perfil de distribuição granulométrica da alumina fosse bimodal.

Há ainda uma consideração importante pode ser feita a respeito do Laser B. Este equipamento não mediu partículas inferiores a 0,1 μm e portanto não detectou a menor moda do padrão trimodal (0,08μm). Isto sugere uma menor sensibilidade deste equipamento para partículas muito finas (abaixo de 0,1 μm). No Laser A, que não distinguiu as três modas, houve ao menos a constatação da presença de tais partículas. É claro que, para a confirmação da menor sensibilidade do Laser B, seriam necessários testes com outros materiais finos, já que nas curvas incrementais do pó de alumina (Fig. 6) não é possível a comprovação deste fato, pois este material também de acordo com o Laser D, não possui partículas abaixo de 0,1 μm.

CONCLUSÕES

A análise de imagem, embora seja uma ferramenta muito importante de comparação entre as técnicas devido à possibilidade de avaliação dos fatores de forma, mostrou-se deficitária para a quantificação de pós mais finos devido à necessidade do uso de microscopia eletrônica de varredura.

Os resultados dos diversos equipamentos, embora reprodutíveis, foram divergentes, apresentando dois tipos de dispersão, monomodal (Lasers A e C). e bimodal (Sedimentação e Lasers B e D), esta última sendo considerada mais correta.

Quanto aos modelos de Mie e Fraunhofer, constatou-se que análises de pós mais finos são realmente afetadas por este modelo, apresentando valores maiores que o modelo de Mie, que é o indicado para este caso. Nos equipamentos Lasers A e C o perfil de distribuição foi apenas deslocado para a direita pelo modelo de Fraunhofer. No equipamento B houve uma considerável alteração nos perfis de distribuição.

Embora a repetitividade de todas as técnicas e equipamentos seja bastante satisfatória, a análise de pós com partículas muito finas (abaixo de 1 μm) sempre é mais difícil, mesmo porque esta faixa aproxima-se muito dos limites ideais de aplicação das técnicas indiretas aqui investigadas

(German, 1994; Reed, 1988). Por isso, os cuidados com a execução e principalmente na avaliação dos resultados destas análises devem ser intensificados.

Fica enfatizada a necessidade de associação dos resultados de distribuição de tamanho de partícula ao método (técnica, equipamento e condições de análise) utilizado.

AGRADECIMENTOS

Ao CNPq pela concessão de bolsa de mestrado a C. J. Papini e a todas as pessoas e instituições (IPEN, IPT, BASF, LCT-EPUSP e MICRONAL) que aceitaram e colaboraram na realização deste trabalho .

REFERÊNCIAS

1. ALLEN, T. ***Particle Size Measurement***, 5th edition, v.1, London: Chapman and Hall, 1997.

2. BARREIROS, F. M.; FERREIRA, P. J.; FIGUEIREDO, M. M.; Calculating Shape Factors from Particle Sizing Data, ***Part. Part. Syst. Charact***., v. 13, p. 368-373, 1996.

3. BECKMAN COULTER ***Some Physical Constants Used in Particle Characterization***, Miami: Beckman Coulter Inc., 1999.

4. BOWEN, P.; SHENG, J.; JONGEN, N. Particle Size Distribution Measurement of Anisotropic – Particle Cylinders and Platelets – Practical Examples, ***Powder Technol.*** v. 128, p. 256-261, 2002.

5. DAVIDSON, J. A.; ETTER, A. A.; THOMAS, M.; BUTLER, R. S. A Comparison of Image Analysis With Other Methods of Particle Size Measurement for General Purpose PVC Resins, ***Part. Part. Syst. Charact.*** v. 9, p. 94-104, 1992.

6. DAVIES, J. A.; COLLINS D. L. Comparison of the Size Distribution of Boron Powders as Measured by Malvern Diffractometer and Coulter Counter, ***Part. Part. Syst. Charact.*** v. 5, p. 116-121, 1988.

7. ETZER, F. M.; DEANNE, R. Particle Size Analysis: A Comparison of Various Methods II, ***Part. Part. Syst. Charact.*** v. 18, p. 278-282, 1997.

8. ETZER, F. M.; SANDERSON, M. S. Particle Size Analysis: A Comparative Study of Various Methods, ***Part. Part. Syst. Charact.*** v. 12, p. 217-224, 1995.

9. FERRARIS, C. F.; HACLEY V. A.; AVILÉS, A. I.; BUCHANAN JR., C. E. Analysis of the ASTM Round-Robin Test on Particle Size Distribution of Portland Cement: Phase I – NISTR 6883, ***NIST***, Bakersville, 2002.

10. GERMAN, R. M. ***Powder Metallurgy Science,*** 2nd ed., Princeton, NJ: MPIF, 1994.

11. HAYAKAWA, O.; NAKAHIRA, K.; NAITO, M.; TSUBAKI, J. Experimental Analysis of Sample Preparation Conditions for Particle Size Measurement, ***Powder Technol.*** v. 100, p. 61-68, 1998.

12. HOSTOMSKY, J.; HALÁSZ, Z.; LISZI, I; NÝVLT, J. Size Analysis of Non-Spherical Particles – A Correlation Between the Results of Photosedimentation Technique and Microscopy, ***Powder Technol.***, v. 49, p. 45-51, 1986.

13. HUNT, C. M.; WOOLF, A. R. Comparison of Some Different Methods for Measuring Particle Size Using Microscopically Calibrated Glass Beads, ***Powder Technol***., v. 3, p. 9-23, 1969.

14. IACOCCA, R. G.; GERMAN, R. M. A Comparison of Powder Particle Size Measuring Instruments, ***Int. J. Powder Metall.***, v. 33, n. 8, p. 35-48, 1997.

15. JILLAVENKATESA, A.; DAPKUNAS S. J.; LUM L.H. GOETZEL, G. C. ***Particle Size Characterization,*** NIST Recommended Practice guide – Special Publication 960-1, Washington, 2001.

16. MALVERN INSTRUMENTS ***Sample Dispersion & Refractive Index Guide***, Spring Lane South: Malvern Instruments Ltd., 1996.

17. NAITO, M.; HAYAKAWA, O.; NAKAHIRA, K.; MORI, H.; TSUBAKI, J. Effect of Particle Shape on the Size Distribution Measured with Commercial Equipment, ***Powder Technol***., v. 100, p. 52-60, 1998.

18. NIKKAN KOGYO SHINBUNSHA ***Particle Size Analysis and Technology***, The Society of Powder Technology, Japan, 1994 apud YAMAMOTO H.; MATSUYAMA, T. Comparative Study of Particle Size Analyses Using Common Samples, ***KONA***, n. 13, p. 57-66, 1995.

19. ORIGINLAB, AUTHOR CORPORATION ***Microcal Software Origin: Scientific Graphing and Analysis Software***, v. 4 User's Manual Version 6, 1999.

20. PAPINI, C. J.; YOSHITO, W. K.; GOUVÊA, D.; LEAL NETO, R. M. Influence of the dispersion condition on the particle size distribution analysis of an alumina powder. In: Fourth

International Latin American Conference on Powder Technology, 2003, Guarujá. **Anais…**Guarujá: Brazil, 2003.

21. REED, J. S. ***Introduction to the Principles of Ceramic Processing***, New York: John Wiley & Sons, 1988.

22. SPIEGEL, M. R. ***Estatística***, 3. ed., São Paulo: Makron Books. Tradução de Pedro Comentino, 1993.

PARTICLE SIZE DETERMINATION OF AN ALUMINA POWDER – A METHOD AND INSTRUMENTS COMPARISON

C. J. Papini(1), R. M. Leal Neto(2)
Av. Prof. Almeida Prado, 535 – Cid. Universitária, São Paulo /SP, CEP: 05508-901 –
cjpapini@hotmail.com
(1) LAMI – Laboratório Associado Micronal – IPT
(2) Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares

ABSTRACT

Knowing mean particle size and its distribution is a major concern regarding production process involving particulate materials. Various particle size determination techniques have been developed due to the increase of powder technology industry. However, accurate data determination is extremely difficult (essentially for fine particles) for many different problems of each technique have to be solved. In this paper particle size analysis results of an alumina powder (A-1000 SG – Alcoa) measured by quantitative microscopy (TEM and image analysis), laser scattering (four different instruments) and gravitational sedimentation techniques were compared. Distinct frequency distribution curves were obtained showing different distribution models (monomodal and bimodal). Trimodal standard analysis has pointed out that the instruments, which could measure a bimodal distribution, are more accurate for the particle size range of alumina (under 2 μm in this case).

Key-words: Particle Size, Laser Scattering, Gravitational Sedimentation, Alumina.